

Az ellipszometria Újpesten

Gergely György

1. Az előzmények

Hazánkban az ellipszometriai (ELL) kutatások 1965-re nyúlnak vissza. 1965-ben csatlakoztam Szigeti György akadémikus meghívására az MFKI-hoz. Az első évben még a Távközlési Kutató Intézetben (TKI) voltam főállásban. 1966-ban már az MFKI-ban, tanácsadóként azonban még működtem a TKI2-ben (TKI újpesti intézete) is. Az MFKI és a TKI2 széleskörű együttműködést folytatott. Ellipszométeres mérések igényével a Tungfram Félvezető főosztálya (Giber János) fordult a TKI-ban osztályomhoz. Ádám János (TKI2) már 1965-ben elkészítette Ellipszometria tanulmányát, továbbá ellipszométer megépítésének részletes terveit. A TKI2 1966-ban megépítette az első hazai ellipszométert, saját műhelyében. A polarizációs optikai elemeket az NSZK-ból tudtuk csak beszerezni, a többi összes alkatrész hazánkban készült, részben a MOM (teodolit alkatrészek), részben a Hajógyár (hordozó lemez) közreműködésével. A fényforrás nagynyomású higanylámpa volt, interferenciaszűrőkkel (Zeiss Jena). 1967-ben a TKI2-ben megkezdődtek a Si MOS tranzisztorok oxid rétegének mérései.

Az MFKI-ban Szigeti György igazgató jóváhagyta egy korszerű ellipszométer beszerzését a Gaertner (USA) cégtől, melyet 1968-ban helyeztünk üzembe. A fényforrás itt is nagynyomású Hg lámpa volt interferenciaszűrőkkel, továbbá HeNe lézer. Az ellipszométer kalibrációját Forgács Gábor végezte el [1]. Dao van Phouc aspiráns (Vietnám) kandidátusi értekezésében a Gaertner ellipszométerrel SiO₂/Si rétegek ELL méréseivel foglalkozott. A méréseket Püspöki Sándornéval együtt végezték.

2. A SiO₂/Si rendszer ellipszométeres vizsgálatai

A legnagyobb kihívást az ELL mérések kiértékelése jelentette. A Fresnel képletekhez mestergörbéket és táblázatokat készítettünk. 1969-ben, hazánkban és Budapesten csak két nagy számítógép állott rendelkezésre. Az MFKI-TKI2 együttműködés keretében Szűcs Bertalan a TKI2 munkatársa a Statisztikai Hivatal számítógépével készítette el a psi-delta számításokat a SiO₂/Si rendszerre a 254, 313, 334, 365, 404.6, 435.8, 546 intenzív Hg vonalakra, továbbá a 632.8 He-Ne lézer vonalra. A táblázatok a 0-800 nm oxid vastagság tartományt fogták át. Szigeti akadémikus javaslatára az "Ellipszometric Tables of the Si-SiO₂ system for mercury and HeNe laser spectral lines" könyvet az Akadémiai Kiadó 1971-ben megjelentette [2]. Ezt a könyvet használta a teljes hazai félvezető kutatás (MFKI, HIKI), fejlesztés (TKI, Tungfram, MEV) és gyártás (Tungfram), több mint 10 esztendőn át. A könyvnek nemzetközi visszhangja volt, számos hivatkozással.

3. Al₂O₃/Al vékonyréteg rendszer

Az MFKI-ban Barna Péter már 1983 előtt széleskörű kutatásokat végzett Al vékonyrétegekkel. Az Al vékonyrétegeket (100-400 nm) nagyvákuumban (10⁻⁶ mbar) állította elő párologtatással, üveg, csillám és kvarcüveg hordozón. A rétegeket oxidálta, részben kisnyomású (10⁻³ mbar) oxigénben 520 °C -on, részben anódikusan.

Feladatunk volt az oxid réteg vastagságának ELL mérése és kiértékelése. Ekkor kapcsolódott az ELL kutatásokba Bodó Zalán. Az MFKI ellipszométerével a félvezető kutatás dolgozott, így Ádám Jánoshoz fordultunk, aki a méréseket ugyanott de akkor már újra Tungstrammak visszaadott Kutatóban végezte számunkra, 4 intenzív Hg vonalon: 365, 436, 546 és 579 nm-en. A következőkben, időrendi sorrendben ismertetem az eredményeket.

A kiértékelésnél az irodalomban kerestük az Al n és k optikai állandóit. 9 szerző munkáiban ezek óriási szórást ($> 100\%$) mutattak. Bodó Zalán felismerése volt, hogy a különböző szerzők által vizsgált Al mintákat borító természetes oxid rétegek különbözősége okozza a problémát. Az Al_2O_3 -ra nem állottak rendelkezésre psi-delta mestergörbék. Bodó Zalán ilyeneket készített az MFKI HP kis asztali számítógépével a 4 Hg vonalra, különböző n_{Al} és k_{Al} értékek feltételezésével.

Az oxid törésmutatója az irodalomban 1.6-1.79 között változott. Bodó Barna Péter 7 db Al_2O_3 rétegén mért psi-delta eredményeket illesztett a mestergörbékre. A 4 hullámhosszon döbbenetesen jó egyezést talált mind az oxidokra, mind $n_{\text{oxid}}=1.77$ törésmutatóra. Barna Péter TEM replika módszerrel az oxid felületi hibáit tárta fel. [3].

4. Az Al, továbbá Al_2O_3 optikai állandóinak meghatározása

Barna Péter P. Croce-tól rendkívül sima üveg hordozó lapkákat kapott, melyekre Al vékonyrétegeket vitt fel. Ezek ELL méréseit is Ádám János végezte el. Néhány Al vékonyréteget Barna Péter Croce-nak küldött, aki azokon röntgen (rtg) sűrű beeséses tükrös reflexiós vizsgálatokat végzett. Az eljárást Croce dolgozta ki az Inst. d'Optique-ban (Orsay). Croce felismerése, hogy az Al rétegeken képződött természetes oxid egy nagyon tömör, d_2 vastagságú oxidból, és egy lassan hidratálódó d_3 fedőrétegből áll. A tükrös rtg reflexióval Croce a réteg durvaságát is meghatározta. 1984-ben még nem létezett AFM. A két réteg kompaktsága és törésmutatója is különbözött [4].

Ekkor merült fel az Al optikai állandóinak meghatározása spektroELL (SPE) segítségével. Ez egy gyors módszer. Nem igényel szinkrotron és Kramers-Kronig analízist. Bodó Zalán először a saját méréseket, majd az irodalomban talált eredményeket dolgozta fel akkor már KFKI TPA 11 számítógéppel. A kísérleti psi-delta adatok optimális illesztésével meghatározta d_2 és d_3 értéket, továbbá az Al hordozó optikai állandóit, valamint az oxid törésmutatóját. Ezeket összevetette Hass eredményeivel, aki UHV-ben a frissen készített Al rétegeken végzett in situ ELL méréseket. Kitérő egyezést talált a 365, 436, 546 és 579 nm Hg vonalaknál.

Hasonlóképpen számította a d_2 és d_3 értékeket a psi és delta eredmények optimális illesztésével friss mintákon, majd 0.5, 1 és 2 év tárolás után.

Ádám János néhány szögfüggő ELL mérést is végzett a 45° - 80° beesési szög - tartományban. Bodó Zalán jó egyezést talált psi és delta számított értékeivel a 2 évig tárolt mintákon [4].

1985-ben az ELL méréseket kiegészítettük XTEM (keresztirányú) továbbá EPES-REELS (elektron energia veszteségi spektrometria a rugalmas csúccsal együtt) vizsgálatokkal [5]. Az XTEM vizsgálatokhoz Barna Árpád készítette a mintákat saját új eljárásával [6]. A nagyon vékony természetes oxid rétegre vastag (200 nm) Al réteget párologtatott, majd a mintát keresztirányban vékonyította. Az XTEM d_2+d_3 összegét adja, nem tudja megkülönböztetni a két oxid fajtát. A rácsfeloldású XTEM vizsgálatok azonban megdöntötték az Al (fém)-oxid közötti széles átmeneti réteg tévhitet, mely az iónbombázás okozta műtermék. Igazolták, hogy a tényleges átmenet 1-2 atomsor.

Az EPES-REELS spektrumok tartalmazzák mind az Al, mind az oxid plazmonjait; ezek különböznek. 1 kV-en még csak az Al_2O_3 látható, 3 keV-en már jól látható az Al hordozó valamint az oxid hatása és becsülhető a d is. Ez megegyezett az XTEM eredménnyel. [5]

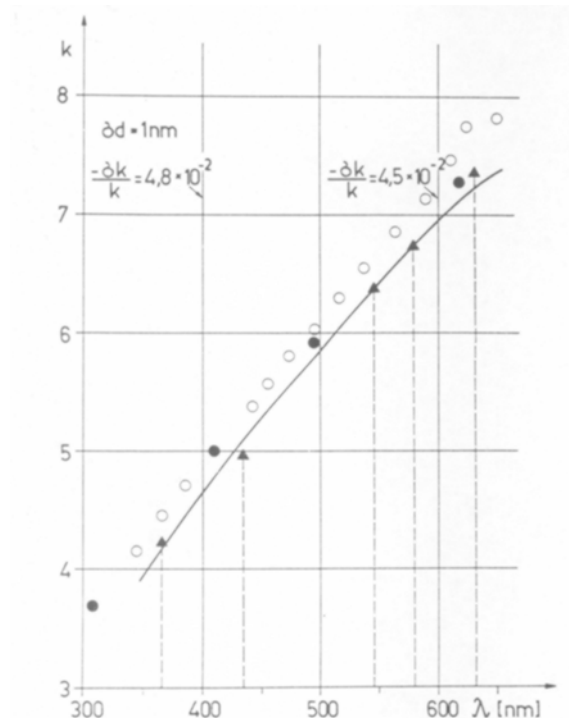
Az Al_2O_3 törésmutató különbséget mutatott termikus (1.645) valamint anódikus (1.67) vastag (34-47 nm) oxid rétegek esetén, amit a SiO_2 -hez hasonlóan a kompaktsággal magyaráztunk [7].

1987-88-ban Bodó Zalán a kísérleti eredmények kiértékelését fejlesztette tovább. Számításait kiterjesztette a 633 nm HeNe lézer eredményekre is [7,8]. Már 32 kísérleti pont illesztését optimalizálta. A felületi durvaság hatásait is tanulmányoztuk. Az XTEM segítségével becsültük a természetes oxid durvaságát, ami 1-1.5 nm volt.

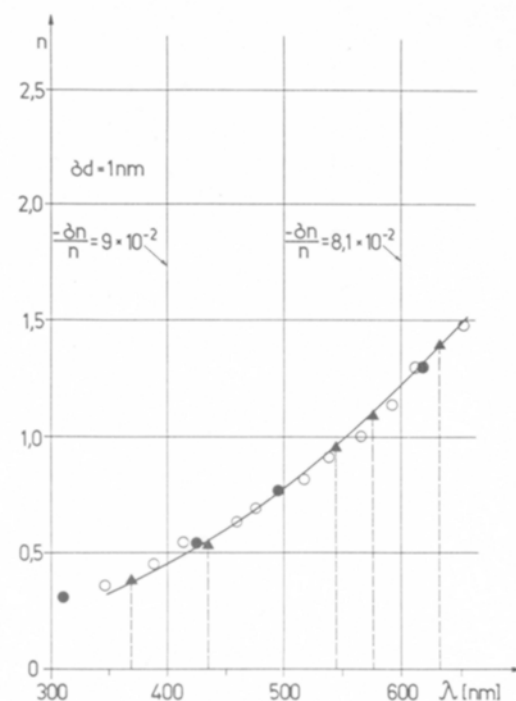
Bodó Zalán a psi-delta számára nomogramokat készített a 300-633 nm hullámhossz tartományra, az Al feltételezett optikai állandóival. Elemezte az oxid vastagságának hatását a mért psi és delta értékekre. Elvégezte az irodalmi eredmények új feldolgozását, korrigálta azokat a természetes oxid vastagságával. Az így meghatározott Al optikai állandókat összevetette a korrigált irodalmi adatokkal. Fő eredményei:

- a felületi durvaság a psi-t befolyásolja.
- a fő paraméter a természetes oxidréteg vastagsága d
- az Al n értékeinél 1 nm d_{oxid} 9×10^{-2} bizonytalanságot okoz
- a k -nál ugyanez 4.8×10^{-2} .

Az 1. és 2. ábrák mutatják saját n és k eredményeink (tömör pontok) összevetését a természetes oxiddal korrigált irodalmi értékekkel: Hass UHV-ban in situ, továbbá szinkrotron spektroszkópiával nyert adatokkal [8]. Az egyezés kitűnő.



1. ábra



2. ábra

Az oxiddal korrigált irodalmi adatok összevetése saját mérési eredményeinkkel (●)

Élete utolsó évében Bodó Zalán (+1990) az ELL kiértékelési eljárását tovább finomította. Már 72 psi-delta optimális illesztését végezte a TPA 11 számítógéppel. Az eltérések abszolút értékének minimumát kereste. Ezen munkáját sajtó alá rendeztem [9].

5. Iónimplantált Si

Az MFKI közös munkája volt az ELL témában az ATKI-val és a Tungfram Kutatóval az ATKI-ban implantációval amorfizált Si felületi rétegek optikai állandóinak meghatározása. A mintákat az MFKI Geartner ellipszométerével Somogyi Mária vizsgálta (546 nm), valamint Ádám János 5 Hg vonalnál. Több szögnél történt mérés. A kiértékelést az ATKI-ban Fried Miklós és mtsi végezték. Az n és k optikai állandók különböztek a kristályos Si -tól és függtek az előállítási paramétereiktől [10]

6. Az ELL alkalmazása az MFKI-Univ. Clermont-Ferrand együttműködésében, az ATKI közreműködésével

Prof. B Gruzzával 1979 óta dolgoztunk együtt, főként az EPES kutatások területén. Erről az EPES pontban számolok be részletesen. Itt két témáról szólok:

-B Gruzza fő kutatási témája az InP félvezető. Az InP technológiai kutatásokban készített Al_2O_3 vékonyrétegeket InP felületén, MIS célokra. Az oxidot Knudsen cellából, grafit tégelyből párologtatta, azt elektronbombázással fűtötte. A rétegszerkezet hőkezelésével az InP felületén InSb réteg képződik. A technológia számára nagyfontosságú az Al_2O_3 réteg vastagságának mérése. Erre a célra automata ellipszométer áll rendelkezésre az egyetemen. HeNe fényforrást alkalmaztak. A réteg felvitel kalibrálását Al_2O_3/Si ELL mérésekkel végezték. Ell méréseket végeztek Al_2O_3/InP továbbá $Al_2O_3/InSb/InP$ (InSb 1 és 2 nm vastag) rendszerekkel. A kiértékeléshez a mestergörbét Lohner Tivadar és Fried Miklós készítették. Közös publikáció [11]

-Intenzív együttműködést folytattunk B. Gruzzával a PSL (porózus Si) területén is. Ezekről az EPES beszámolóban szólok. A PSL mintákat Vázsonyi Éva készítette az ATKI-ban. ELL mérések is készültek Clermont Ferrandban az automatikus ellipszométerrel. Fried Miklós és mtsi már 1994-96-ban kidolgozták PSL ellipszométeres modelljét és a spektrumok kiértékelést. Az eljárást átvette a francia egyetem. Az ELL kísérleti eredményeket Lohner Tivadar értékelte ki. Közös publikáció [12].

7. ELL mérések az MFKI félvezető technológiában

1970 után az MFKI Gaetner ellipszométerét a félvezető technológia használta Si MOS, MIS, GaAs, Si-nitrid és Si-oxinrid rétegek vizsgálatainál. A HIKI Si MOS témában megjelent Forgács Gábor és mtsi publikációja [13] a HIKI Közleményekben. Eredményesek voltak a GaP felületi oxidrétegének ELL vizsgálatai a Gaetner ellipszométerrel az MFKI-ban. A kiértékelésnél Bíró Sándor (TKI2) FORTRAN programját alkalmazták. Az ATKI-ban végezték az RBS vizsgálatokat. [14,15] az oxid rétegeken. Az elektron diffrakciós vizsgálatokat Farkasné Jahnke Mária végezte az MFKI JEOL elektronmikroszkópjával [15]. Egyéb publikációról nincs tudomásom.

Irodalom.

1. G Forgacs: J. Phys D. Appl. Phys. 3 (1970) 1513
2. G Gergely, G Forgács, B Szűcs, S van Phouc: Ellipsometric Tables of the Si-SiO₂ System for mercury and He-Ne Laser Spectral Lines. Akadémiai Kiadó, Budapest 1971
- 3 PB Barna, Z Bodo, G Gergely, D Szigethy, J Adam, P Jakab: Vacuum 33 (1983) 93
4. PB Barna, Z Bodó, G Gergely, P Croce, J Ádám, P Jakab: Thin Solid Films 120 (1984) 249
- 5 PB Barna, Z Bodó, G Gergely, J Ádám: Proc 7th Czechoslovak Conf. Electronics and Vacuum Phy. Bratislava Sept. 1985. p445
6. A Barna: Proc EUREM 84, Budapest 1984 MOTESZ Budapest p107
7. PB Barna, Z Bodó, G Gergely, J Ádám: Vacuum 36 (1986) p465
- 8 Z Bodó, G Gergely: Appl. Optics 26 (1987) p2065
- 9 G Gergely, Z Bodó, P Croce: Surf.Sci.: 200 (1988) p527
- 10.M Fried, T Lohner, E Jároli. G Vizkelety, A Kótai, J Gyulai, A Biró, J Ádám, M Somogyi,, H Kerkow: Nucl. Instr. Meth. B19/20 (1987) p577
11. C Robert, L Bideux, B Gruzza, T Lohner, M Fried, A Barna, K Somogyi, G Gergely: Semiconductor Sci. Technol 12 (1997) p1429
12. C Robert, L Bideux, B Gruzza, M Cadoret, T Lohner, M Fried, A Vazsonyi, G Gergely: Thin Solid Films 317 (1998) p210
13. Forgács G, Németh-Sallay M, Sallay B: HIKI Közleményei 10 (1970) 23
14. G Mezey, T Nagy, J Gyulai, T Lohner, M Somogyi: Thin Solid Films 43 (1977) L23
15. M Somogyi, M Farkas-Jahnke, G Mezey, J Gyulai: Thin Solid Films 60 (1979) p377